

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **05279019 A**

(43) Date of publication of application: **26.10.93**

(51) Int. Cl.

C01F 7/02

// C08K 3/22

D21H 19/38

(21) Application number: **04074504**

(71) Applicant: **YOSHIDA KOGYO KK <YKK>**

(22) Date of filing: **30.03.92**

(72) Inventor: **FUKUDA YUSHI**

(54) **FINE SHEET-LIKE BOEHMITE PARTICLE AND PRODUCTION THEREFOR**

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain fine sheet-like Boehmite particles useful as various kind fillers by performing a hydrothermal treatment on aluminum hydroxide which adjusted in its particle size to a submicron order or an alumina hydrate in water or an aqueous alkaline solution.

CONSTITUTION: The aluminum hydroxide which was adjusted in the particle size to a submicron order or

the alumina hydrate is used as a starting raw material and they are subjected to hydrothermal treatment at 3150°C and at 2100atm in water or an aqueous alkaline solution. The fine sheet-like Boehmite particles thus obtained have an orthorhombic system in the crystal form whose specific crystal surface is grown in a plane sheet form. The fine sheet-like Boehmite particles are useful as a raw material to produce fine sheet-like alumina particles.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-279019

(43)公開日 平成5年(1993)10月26日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 F 7/02	D	9040-4G		
	Z	9040-4G		
// C 0 8 K 3/22	K A E	7242-4 J		
D 2 1 H 19/38				
		7199-3B	D 2 1 H 1/ 22	B
			審査請求 未請求	請求項の数 2(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-74504

(22)出願日 平成4年(1992)3月30日

(71)出願人 000006828

吉田工業株式会社

東京都千代田区神田和泉町1番地

(72)発明者 福田 雄史

富山県黒部市中新403-3

(74)代理人 弁理士 小松 秀岳 (外2名)

(54)【発明の名称】 微細板状ペーマイト粒子及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 本発明は、微細板状アルミナ粒子製造の出発原料、又は充填材として使用される塗料用顔料、ゴム・プラスチック用フィラー、製紙用塗工材等に適した微細板状ペーマイト粒子及び該粒子を水熱処理により効率的に製造する方法に関する。

【構成】 結晶形が斜方晶系で特定の結晶面が平板状に成長した微細な板状粒子であることを特徴とする微細板状ペーマイト粒子及び、サブミクロンオーダーに粒度調整した水酸化アルミニウム又はアルミナ水和物を水又はアルカリ水溶液中で温度150℃以上、圧力100気圧以下に水熱処理することを特徴とする微細板状ペーマイト粒子の製造方法である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶形が斜方晶系で特定の結晶面が平板状に成長した微細な板状粒子であることを特徴とする微細板状ペーマイト粒子。

【請求項2】 サブミクロンオーダーに粒度調整した水酸化アルミニウム又はアルミナ水和物を水又はアルカリ水溶液中で温度150℃以上、圧力100気圧以下に水熱処理することを特徴とする微細板状ペーマイト粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、微細板状アルミナ粒子製造の出発原料又は充填材として使用される塗料用顔料、ゴム・プラスチック用フィラー、製紙用塗工材等に適した微細板状ペーマイト粒子及び該粒子を水熱処理により効率的に製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、この種微細ペーマイト粒子及びその製造方法としては、種々知られており、その製造方法としては、出発原料に水酸化アルミニウムを用い大気中で加熱分解を行い、結晶水の一部を脱水させペーマイト相を生成するもの、また同出発原料を密閉容器中で水熱処理することによりペーマイト相を生成するもの等がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】微細ペーマイト粒子としては、上記により得られた粒子をボールミル等の機械的粉砕法により、サブミクロンオーダーの粒子に微細化することができるが、粒子の形状が粒状になりやすく、板状の微細な粒子を得難いといった問題を有する。

【0004】また、上記微細ペーマイト粒子の製造方法のうち、大気中で加熱分解を行う方法については、出発原料の水酸化アルミニウムに微細粒子が混在するとペーマイト相は出現せず、遷移アルミナの一種であるカイアルミナ(γ - Al_2O_3)が生成し、ペーマイト粒子の生成率を低下させるといった問題がある。水熱処理を行う場合、生成されるペーマイト粒子は、菱形状の立方体が密に凝集固着した凝集粒子となり、これを粉砕しても微細な板状粒子は得難いといった問題を有する。そこで本発明は、微細板状アルミナ粒子を製造でき、各種充填材として有用な微細板状ペーマイト粒子及び該粒子を効率的に作製できる製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明の第1発明は、結晶形が斜方晶系で特定の結晶面が平板状に成長した微細な板状粒子である微細板状ペーマイト粒子である。上記において、粒径としては長径及び短径が5 μm 以下であり、さらにはサブミクロン以下であることが好ましい。また、短径と長径との比は、1～5、さらに好ましくは、1～1.5である。さらにアスペクト比(厚さに対

する短径の比)3～100の形状である。本発明の第2発明は、サブミクロンオーダーに粒度調整した水酸化アルミニウム又はアルミナ水和物を水又はアルカリ水溶液中で温度150℃以上、圧力100気圧以下に水熱処理する微細板状ペーマイト粒子の製造方法である。

【0006】本発明は、出発原料として水酸化アルミニウム、アルミナ水和物又はアルミナゲル等のアルミナ水和物などをあらかじめボールミル等で粉砕してサブミクロンオーダーに粒度調整したものをを用い、これらを水又は苛性ソーダ、炭酸ソーダ等のアルカリ水溶液とともに密閉オートクレーブ中に充填し、水熱処理することにより行われる。出発原料である水酸化アルミニウム、アルミナ水和物(非晶質を含むアルミナ水和物(アルミナゲル))をサブミクロンオーダーに粒度調整することは、最終ペーマイト粒子の寸法をサブミクロンオーダーに揃えるために必要であり、粒子の板状化に大きく寄与する。温度、圧力の条件に関しては、 Al_2O_3 - H_2O 系状態図で、ペーマイト相の安定な領域でなければならない。温度を150℃以上と限定する理由は、150℃未満では、ペーマイトを得ることができないためである。特に上限については限定していないが、350℃以上の温度に長時間処理するとペーマイト相は α -アルミナ相に変化するため、高温処理はペーマイト相生成には好ましくない。また、微細板状のペーマイト粒子のみを製造する際、その制御が困難となる。したがって、温度条件は好ましくは150℃以上350℃未満がよい。また上記範囲において、高温ほどペーマイトの生成速度は大きく、短時間で微細な粒子が得られ、体温ほどペーマイトの生成速度は小さく、長時間の処理を必要とするため比較的粗大な粒子となる。なお、いずれにおいても粒子形状は板状である。また、圧力を100気圧以下と限定する理由は100気圧を越える圧力では、得られる粒子の形状が肉厚の大きな粗大なものとなるためである。数百気圧を越える高圧下では、ペーマイト相は出現せず、ダイアスポア相に変化する。また下限については、当然開放系では水熱系が成り立たないので、好ましくは10気圧以上がよい。

【0007】本発明の製造方法により、結晶形が斜方晶形で特定の結晶面が平板状に成長した微細なペーマイト粒子を得ることができる。さらにこの粒子は対角長が約1 μm 未満、厚さ0.1 μm 未満のものとするところできる。かかるペーマイト粒子は、微細板状アルミナ粒子を作製するための材料(原材料)、または塗料用顔料、ゴム、プラスチック用フィラー、製紙用塗工材などの添加物として使用できる。

【0008】

【実施例】以下、実施例に基づいて本発明を具体的に説明する。

【0009】実施例1

バイヤー法によって得た水酸化アルミニウムをボールミ

3

ルにて所定の中心径に粒度調整したものを10gに、所定の純水を加えてスラリーを作成し、これを小型オートクレーブに充填し、加熱温度300℃、圧力65Kg/cm²にて水熱処理を行った。処理後の生成物を水洗、濾過、乾燥してペーマイト粉末を得、これを試料として生成物（ペーマイト粒子）の平均粒子径と出発原料（水酸化アルミニウム）の粒子径との関係を調べた。なお平均粒子径は、粒度分布測定および走査型電子顕微鏡観察することにより測定した。その測定結果を図1に示す。図1から水熱処理で生成されるペーマイト粒子は出発原料（水酸化アルミニウム）の粒子径の増加とともに粗大化する傾向を示すことが分かる。

【0010】また上記製造方法において、中心径0.7μmに粒度調整した水酸化アルミニウムを用い、所定温度にて水熱処理を行い、ペーマイト粉末を得た。なお、他の条件等については上記と同様にして行った。これを試料として、生成物（ペーマイト粒子）の平均粒子径と水熱処理温度との関係を調べた。その測定結果を図2に示す。

【0011】図2から、水熱処理（水熱合成法）で生成されるペーマイト粒子の水熱処理温度に対する平均粒子径の傾向は高温側ほど小さく、低温側ほど大きくなる傾向を示すことが分かる。粒子の厚みについても平均粒子径と同様であった。また、水熱処理温度が150℃未満ではギブサイトが得られ、350℃以上ではα-アルミナが得られていることが分かる。また合成温度300℃において、生成物（ペーマイト粒子）の平均粒子径と水熱処理圧力との関係を調べた。その測定結果を図3に示す。

【0012】図3から、水熱処理（水熱合成法）で生成されるペーマイト粒子の水熱処理圧力に対する平均粒子径の傾向は、圧力10～100気圧の範囲内では、圧力が低いほど微細な粒子になり、逆に圧力が高いほど粗大な粒子になる傾向を示すことが分かる。粒子の厚みについても平均粒子径と同様であった。

【0013】以上のことから、サブミクロンオーダーに原料粒子を粒度調整し、温度150℃以上350℃未満、圧力10気圧以上100気圧以下で水熱処理することにより、微細な板状ペーマイト粒子を得ることが分かる。

【0014】なお本発明は、上記実施例1の条件に限られるものではない。

【0015】実施例2

バイヤー法によって得た水酸化アルミニウムをボールミルにて中心径0.7μmに粒度調整したものを10gに、所定の純水を加えてスラリーを作成し、これを小型オートクレーブに充填し、加熱温度300℃、圧力65Kg/cm²にて水熱処理を行った。処理後の生成物を水洗、濾過、乾燥してペーマイト粉末を得た。得られた粉末を図4に示す。この粉末粒子を拡大し、詳細に表わし

4

たものを図5に示す。図4及び図5から、本発明に係るペーマイト粉末は、粒径の揃った大きさが約1.0μm、厚さが約0.1μmであることが分るとともに、結晶形が斜方晶系で特定の結晶面が平板状に成長した微細な板状ペーマイト粒子であることが分かる。

【0016】更に、得られたペーマイト粒子を電気炉にて1300℃、3時間加熱処理を行った。得られたアルミナ粉末は、粒径の揃った大きさが約1.0μm弱、厚さが約0.1μm弱であるとともに、ペーマイト粒子の外形を保った微細な板状アルミナ（α-Al₂O₃）粒子であった。

【0017】以上のことから、本発明の微細板状ペーマイト粒子は、微細板状アルミナ粒子を作製するのに、工業的に最も容易な加熱分解法で粒子を得ることができるので有用である。

【0018】実施例3

上記実施例2と同様にして、微細な板状ペーマイト粒子を得た。得られた粒子を顔料として塗料に入れ、これを平板に塗布した。その塗膜について調べた結果、この粒子の配向性は塗膜中で平行に幾重にも層をなし、塗膜表面からの劣化が生じて多重層のペーマイト顔料が下層の塗膜の劣化を防ぎ保護することになり、又、塗膜中への流体の侵入、ガス類の透過を阻止し、耐湿性、耐水性を向上させるとともに、耐候性、耐久性に優れた塗膜を形成していることが分かった。

【0019】実施例4

上記実施例2と同様にして、微細な板状ペーマイト粒子を得た。得られたペーマイト粒子をゴム及びプラスチックの中に充填させ、フィラーとしての用途について調べた。

【0020】その結果、本発明の微細板状ペーマイト粒子は、引張強度、引裂強さ、引張応力などの補強性に強く、ゴム又はプラスチック中（ポリマー中）に均一に分散するとともに配向性に優れたものであることが分かった。更に、微細板状粒子であるのでポリマー中での流動性、機械的性質、電気的性質、表面仕上り性等に優れている。

【0021】また、本フィラーを充填したポリマーを成形するに際して、成形加工によりポリマー中のペーマイト粒子が一定方向に配向し、成形加工がフィラーの配向性、分散性などに有用に働く。特に、延伸、圧延等の塑性流動をおこさせることが有用である。

【0022】

【発明の効果】以上のようにより、本発明の微細板状ペーマイト粒子は、微細板状アルミナ粒子を作製するのに有用であるとともに、塗料用顔料、ゴム、プラスチック用フィラー、製紙用塗工材等の各種添加物として有用である。

【0023】また、本発明の微細板状ペーマイト粒子の製造方法によれば、上記各種用途に優れた効果を有する

5

微細板状ペーマイトを製造できるとともに、その微細板状粒子を均一にかつ効率的に製造できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】出発原料と生成ペーマイト粒子の粒子径の関係を示すグラフである。

【図2】生成ペーマイト粒子の平均粒子径と水熱処理温

6

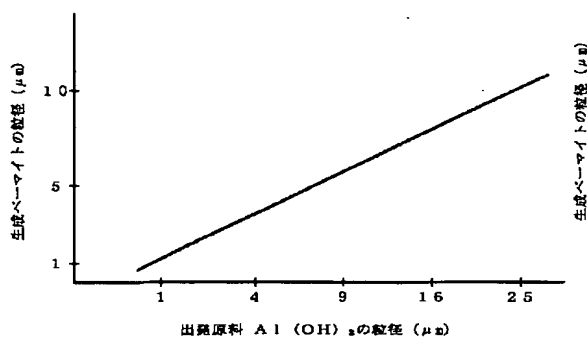
度との関係を示すグラフである。

【図3】生成ペーマイト粒子の平均粒子径と水熱処理圧力との関係を示すグラフである。

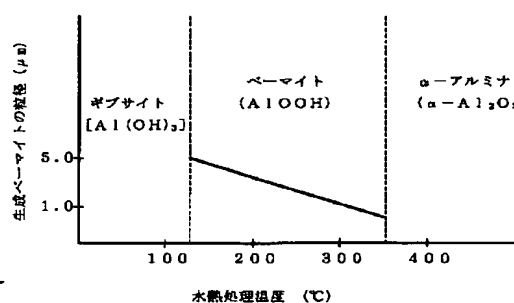
【図4】実施例で得られた粉末粒子の形態を示す説明図である。

【図5】実施例で得られた粉末粒子の拡大図である。

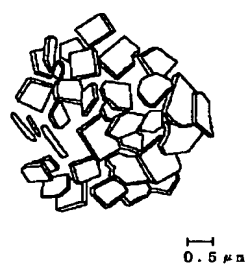
【図1】



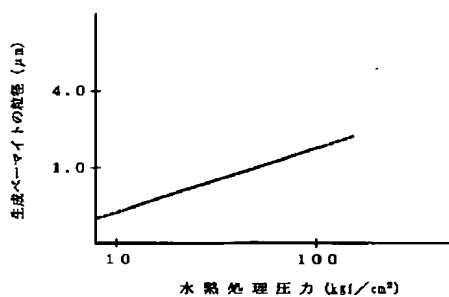
【図2】



【図4】



【図3】



【図5】

